



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of)
Hiroshi Nakano)
Serial No. 10/606,017) Group:
Filed: June 25, 2003)
Title: POWDER COATING COMPOSITION) Examiner:

CLAIM FOR PRIORITY

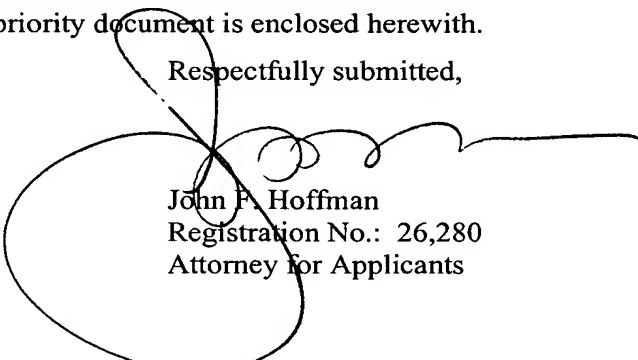
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

Applicant hereby claims the priority of Japanese Patent Application Serial No. 2002-189519, filed June 28, 2002, under the provisions of 35 U.S.C. 119.

A certified copy of the priority document is enclosed herewith.

Respectfully submitted,


John F. Hoffman
Registration No.: 26,280
Attorney for Applicants

JFH/pmp

BAKER & DANIELS
111 East Wayne Street, Suite 800
Fort Wayne, IN 46802
Telephone: 260-424-8000
Facsimile: 260-460-1700

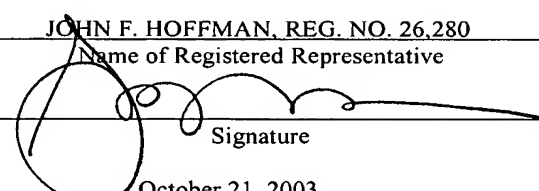
Enc. Certified Copy
Return Postcard

CERTIFICATION OF MAILING

I HEREBY CERTIFY THAT THIS
correspondence is being deposited with the United States
Postal Service as First Class Mail in an envelope addressed
to: Commissioner for Patents, Washington, D.C. 20231,
on: October 21, 2003.

JOHN F. HOFFMAN, REG. NO. 26,280

Name of Registered Representative


Signature

October 21, 2003

Date

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 6 月 2 8 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 1 8 9 5 1 9
Application Number:
[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 2 - 1 8 9 5 1 9]

出 願 人 オキツモ株式会社
Applicant(s):

2 0 0 3 年 1 0 月 6 日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫

出 証 番 号 出 証 特 2. 0 0 3 - 3 0 8 1 9 9 7

【書類名】 特許願

【整理番号】 P1722

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C09D 5/03

【発明者】

 【住所又は居所】 三重県名張市蔵持町芝出 1 1 0 9 番地の 7 オキツモ株
 式会社内

 【氏名】 中野 浩

【特許出願人】

 【識別番号】 000103677

 【氏名又は名称】 オキツモ株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100091683

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 ▲吉▼川 俊雄

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 021360

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書
【発明の名称】 粉体塗料組成物
【特許請求の範囲】

【請求項 1】 シリコーン樹脂単独、又はエポキシ樹脂、フェノール樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、フッ素樹脂から選ばれる少なくとも一種の樹脂とシリコーン樹脂との混合物をバインダー成分とし、補強顔料としてマイカ又はウイスカーの少なくとも一種を含み、かつ該バインダー成分中の該シリコーン樹脂の含有量が 60 重量%以上であることを特徴とする粉体塗料組成物。

【請求項 2】 前記粉体塗料組成物中の前記バインダー成分の含有量が 50 重量%以下であることを特徴とする請求項 1 に記載の粉体塗料組成物。

【請求項 3】 前記シリコーン樹脂が、50℃において固体状であり、かつ該シリコーン樹脂中の水酸基の含有率が該シリコーン樹脂全重量に対して 2～7 重量%であることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の粉体塗料組成物。

【請求項 4】 前記ウイスカーとして、チタン酸カリウム及び／又はホウ酸アルミニウムを使用することを特徴とする請求項 1 乃至 3 いずれか一項に記載の粉体塗料組成物。

【請求項 5】 請求項 1 乃至 4 のいずれか一項に記載の粉体塗料組成物からなる粉体塗料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、300℃以上の高温において、耐熱密着性に優れた粉体塗料組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

粉体塗料は、樹脂、顔料、硬化剤、添加剤等を原料としており、従来のエポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、アクリル樹脂等をバインダー成分とした粉体塗料は加熱後の性能において、200℃から300℃の温度で塗膜にクラック及び／又は剥離が発生し、高温下における被塗物との耐熱密着性に問題があった。

【0003】**【発明が解決しようとする課題】**

本発明者は、上記課題を解決すべく粉体塗料組成物について鋭意研究を重ねた結果、300℃以上の高温で加熱しても塗膜にクラック及び／又は剥離が発生しないシリコン樹脂を含む粉体塗料組成物を見出し、本発明を完成させた。

【0004】**【課題を解決するための手段】**

本発明は、シリコン樹脂単独、又はエポキシ樹脂、フェノール樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、フッ素樹脂から選ばれる少なくとも一種の樹脂とシリコン樹脂との混合物をバインダー成分とし、補強顔料としてマイカ又はウィスカーの少なくとも一種を含み、かつ該バインダー樹脂中の該シリコン樹脂の含有量が60重量%以上であることにより、被塗物との高温下における耐熱密着性に優れた粉体塗料組成物を提供できる。

【0005】**【発明の実施の形態】**

本発明の粉体塗料組成物のバインダー成分としては、シリコン樹脂が必要である。本発明におけるシリコン樹脂は、粉体塗料の保管時のブロッキング等の発生を防ぐために、50℃において固体状のシリコン樹脂であることが好ましい。また、通常の塗装ラインで塗膜の硬化を可能とするため、シリコン樹脂中の水酸基の含有率がシリコン樹脂全重量に対して2～7重量%であることが好ましく、より好ましくは3～5重量%である。

【0006】

本発明においては、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、フッ素樹脂から選ばれる少なくとも一種の樹脂とシリコン樹脂との混合物もバインダー成分として使用される。

【0007】

本発明におけるエポキシ樹脂としては、従来より粉体塗料用として用いられているものであれば、特に限定されないが、例えばビスフェノール型エポキシ樹脂、ノボラック型エポキシ樹脂、脂環型エポキシ樹脂等が挙げられる。

【0008】

本発明におけるフェノール樹脂としては、従来より粉体塗料用として用いられているものであれば、特に限定されないが、例えばフェノールノボラック樹脂、フェノール変性キシレン樹脂、アルキルフェノール樹脂、メラミンフェノール樹脂、ポリブタジエン変性フェノール樹脂等が挙げられる。

【0009】

本発明におけるアクリル樹脂としては、従来より粉体塗料用として用いられているものであれば、特に限定されないが、例えばアクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸 *n*-ブチル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸 *n*-ブチル、スチレン等のモノマーを通常の方法にて重合させて得られた樹脂や共重合させて得られた樹脂等が挙げられる。

【0010】

本発明におけるポリエステル樹脂としては、従来より粉体塗料用として用いられているものであれば、特に限定されないが、テレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、コハク酸等のカルボン酸と、エチレングリコール、プロパンジオール、ブタンジオール、ヘキサングリコール、ペンタエリスリトール等の多価アルコールとを通常の方法にて反応させて得られた樹脂等が挙げられる。

【0011】

本発明におけるフッ素樹脂としては、従来より粉体塗料として用いられているものであれば、特に限定されないが、ポリテトラフルオロエチレン樹脂、ポリクロロトリフルオロエチレン樹脂等が挙げられる。

【0012】

本発明における粉体塗料組成物は、補強顔料としてマイカ又はウイスキーの少なくとも一種を含む必要があり、これらの補強顔料を含まない場合には、塗膜加熱後の冷却の際、基材と塗膜の熱膨張率の差から発生する収縮応力を吸収できなくなるため、例えば 500℃で 48 時間加熱した後の塗膜は被塗物から剥離してしまう。尚、マイカは従来より粉体塗料として用いられているものであれば特に限定されない。また、ウイスキーとしては、チタン酸カリウム、ホウ酸アルミニウム、炭化珪素、窒化珪素、炭酸カルシウム、塩基性硫酸マグネシウム、酸化亜

鉛等を組成とするものを使用することが好ましく、バインダー樹脂への分散性、塗膜の平滑性、及び低コスト性から、より好ましくはチタン酸カリウム、ホウ酸アルミニウムである。

【0013】

上記記載のバインダー成分のうち、シリコーン樹脂はシロキサン結合（ —Si—O— ）を骨格とするため、加熱後もバインダー特性を保持することができるが、シリコーン樹脂以外の樹脂は高温で加熱を受けるとその骨格が分解してしまい、バインダー特性を失ってしまう。このため、バインダー成分中のシリコーン樹脂の含有量が60重量%未満である粉体塗料は、500℃で48時間加熱した後の塗膜は被塗物から剥離してしまう。従って、耐熱密着性の観点から、バインダー成分中のシリコーン樹脂の含有量は60重量%以上であることが必要であり、好ましくは65重量%以上である。

【0014】

また、本発明における粉体塗料組成物中のバインダー成分の含有量が50重量%を超える粉体塗料は、顔料を含まないクリアー層が塗膜表面に形成されるため、500℃で48時間加熱した後の塗膜にクラックが発生しやすい。従って、耐熱密着性の観点から、粉体塗料組成物中のバインダー成分の含有量は50重量%以下であることが好ましく、より好ましくは45重量%以下である。

【0015】

本発明の粉体塗料組成物には、シリコーン樹脂及びエポキシ樹脂等の樹脂以外にも、本発明の特性を損なわない範囲内で、例えば、ビニル樹脂、メラミン樹脂等の他の樹脂を配合することができる。また、着色顔料としてアルミニウム粉、ステンレス粉、ブロンズ粉、銅粉等の金属粉や、酸化チタン、酸化クロム、コバルトブルー、ベンガラ等の金属酸化物を添加し、着色粉体塗料組成物としても使用できる。

【0016】

尚、本発明の粉体塗料組成物には、耐食性付与のために亜鉛末、リン酸アルミニウム、亜リン酸亜鉛ストロンチウム、ホウ酸亜鉛、モリブデン酸亜鉛カリウムから選ばれる少なくとも一種の顔料を含むことが好ましい。また、従来より粉体

塗料として用いられているものであれば、その使用目的に応じて、硫酸バリウム、タルク等の顔料、その他添加剤として表面調整剤、硬化剤、消泡剤等を適宜添加しても構わない。

【0017】

本発明の粉体塗料を製造するに際して、まず、材料をヘンシェルミキサー、ボールミル等により均一に予備混合し、エクストルーダー、熱ロールを用いて混合物を加熱しながら材料を溶融混練させる。次いで、アトマイザー、ジェットミル等により混合物を微粉碎し、サイクロン分級機により粗粒子及び微粒子を取り除く。本発明の粉体塗料組成物は、平均粒子径が $15 \sim 25 \mu\text{m}$ であることが好ましい。粉体塗料は、被塗物の表面に散布し、加熱によって塗膜を形成させることにより塗装するが、塗装方法としては、溶射法、流動浸漬法、静電流動浸漬法、静電粉体吹き付け法等がある。塗装後に焼成乾燥させるが、 $180^\circ\text{C} \sim 250^\circ\text{C}$ で、60分間～20分間の乾燥を施すのが好ましい。本発明の粉体塗料を用いる場合、塗膜の厚さは $10 \sim 80 \mu\text{m}$ であることが好ましく、より好ましくは $20 \sim 50 \mu\text{m}$ である。

【0018】

【実施例】

以下、実施例、比較例及び参考例により、本発明を詳細に説明するが、本発明は実施例に限定されるものではない。

【0019】

実施例1～6、比較例1、2、参考例1、2

シリコーン樹脂としてDC249 (Dow Corning社製)、エポキシ樹脂として180S70 (ジャパンエポキシレジン社製)、レベリング剤としてBYK364P (ビッケミー社製)、消泡剤としてBenzoin (みどり化学製)、マイカとしてタカラマイカM-101 (白石カルシウム製)、チタン酸カリウムとしてティスモD (大塚化学製)、ホウ酸アルミニウムとしてアルボレックスY (四国化成工業製)、硫酸バリウムとして硫酸バリウムBA (堺化学製)、黒色着色顔料としてBayferrox 303T (Bayer社製)、亜鉛末としてF-500 (本荘ケミカル社製)を材料とし、ヘンシェルミキサーを用

いて、表 1 に示す割合で均一に混合させた。二軸エクストルuderを用いて、90℃で加熱しながら材料を熔融混練し、バンタムミルを用いて微粉碎させた。さらに、ロータップ式分級機を用いて 280 メッシュ以上の粗粒子をカットし、平均粒子径 25 μm の粉体塗料を得た。

【0020】

試験片には、ブラスト粉としてアランダム 80 を使用してサンドブラストによる前処理を行なった SPC 鋼板（太祐基材製）を用いた。粉体塗料は膜厚 25 ～ 40 μm となるように、コロナ放電式静電粉体塗装機にて塗装し、熱風乾燥炉内で 230℃、30 分間焼成乾燥させることにより塗膜を形成させ、塗板を得た。

【0021】

得られた塗板に対して以下の試験にて評価を行った。

(1) 初期密着性：焼成乾燥後、JIS K5600-5-6 付着性（クロスカット法）に準じ、ゴバン目テープ剥離試験を行い、下記の基準に準じて塗膜の状態を観察した。

○；クラック及び剥離の発生なし

△；クラック発生

×；剥離発生

【0022】

(2) 衝撃性：JIS K5600-5-3 耐おもり落下性に準じ、ポンチ径 1/2 inch、おもり重さ 300 g、高さ 30 cm のデュポン式衝撃変形試験を行い、下記の基準に準じて塗膜の状態を観察した。

○；クラック及び剥離の発生なし

△；クラック発生

×；剥離発生

【0023】

(3) 耐溶剤性：エタノールラビングを 10 回施し、下記の基準に準じて塗膜の状態を観察した。

○；軟化、光沢低下なし

×；軟化、光沢低下あり

【 0 0 2 4 】

(4) 耐熱密着性：5 0 0℃で4 8時間加熱した後、J I S K 5 6 0 0 - 5 - 6 付着性（クロスカット法）に準じ、ゴバン目テープ剥離試験を行い、下記の基準に準じて塗膜の状態を観察した。

○；クラック及び剥離の発生なし

△；クラック発生

×；剥離発生

【 0 0 2 5 】

(5) 耐食性：J I S K 5 6 0 0 - 7 - 1 耐中性塩水噴霧性に準じて、スクラッチマークを入れ、9 6時間噴霧試験を行い、下記の基準に準じて塗膜の状態を観察した。

○；スクラッチマークより片側3 mm幅の部分以外に発錆及び剥離なし

×；スクラッチマークより片側3 mm幅の部分以外にも発錆又は剥離あり

【 0 0 2 6 】

【表 1】

		実施例						比較例		参考例	
		1	2	3	4	5	6	1	2	1	2
原料	シリコン樹脂	45	40	30	30	30	30	15	30	45	30
	エポキシ樹脂	0	5	15	15	15	15	30	15	15	15
	レベリング剤	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
	消泡剤	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	マカ	20	20	20	10	5	5	20	0	14	20
	チタン酸カリウム	0	0	0	0	15	0	0	0	0	0
	ホウ酸アルミニウム	0	0	0	0	0	15	0	0	0	0
	硫酸バリウム	0	0	0	10	0	0	0	20	0	12
	黒色着色顔料	20	20	20	20	20	20	20	20	14	20
評価	亜鉛末	12	12	12	12	12	12	12	12	9	0
	初期密着性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	衝撃性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	耐溶剤性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	耐熱密着性	○	○	○	○	○	○	×	×	△	○
	耐食性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

【0027】

【発明の効果】

本発明は、シリコン樹脂単独、又はエポキシ樹脂、フェノール樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、フッ素樹脂から選ばれる少なくとも一種の樹脂とシリコン樹脂との混合物をバインダー成分とし、補強顔料としてマイカ又はウイスキーの少なくとも一種を含み、かつバインダー成分中のシリコン樹脂の含有量が60重量%以上である粉体塗料組成物である。これにより、300℃以上の高温で加熱しても塗膜にクラック及び／又は剥離が発生しない耐熱性及び密着性に優れた粉体塗料組成物を得ることができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 本発明は、300℃以上の高温において、耐熱密着性に優れた粉体塗料組成物を提供する。

【解決手段】 本発明は、シリコーン樹脂単独、又はエポキシ樹脂、フェノール樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、フッ素樹脂から選ばれる少なくとも一種の樹脂とシリコーン樹脂との混合物をバインダー成分とし、補強顔料としてマイカ又はウイスカーの少なくとも一種を含み、かつバインダー成分中のシリコーン樹脂の含有量が60重量%以上であることを特徴とする粉体塗料組成物に関するものであり、これにより、300℃以上の高温においても塗膜にクラック及び／又は剥離が発生しない耐熱密着性に優れた粉体塗料組成物を得ることが出来る。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 2 - 1 8 9 5 1 9
受付番号	5 0 2 0 0 9 5 0 1 2 2
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0 0 9 5
作成日	平成 1 4 年 7 月 1 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成14年 6月28日
-------	-------------

次頁無

特願 2 0 0 2 - 1 8 9 5 1 9

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 1 0 3 6 7 7]

1. 変更年月日
[変更理由]

1 9 9 0 年 8 月 1 3 日
新規登録

住 所
氏 名

三重県名張市鍛冶町 8 6 番地
オキツモ株式会社

2. 変更年月日
[変更理由]

1 9 9 1 年 8 月 3 0 日
住所変更

住 所
氏 名

三重県名張市蔵持町芝出 1 1 0 9 番地の 7
オキツモ株式会社